



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۸۸۱۸

چاپ اول

ISIRI

8818

1st.edition

چربی شیر - آماده‌سازی متیل استر اسیدهای چرب -
روش آزمون

Milk fat - Preparation of fatty
acid methyl esters - Test method

نشانی مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران : کرج - شهر صنعتی، صندوق پستی ۳۱۵۸۵-۱۶۳



دفتر مرکزی : تهران - ضلع جنوبی میدان ونک - صندوق پستی : ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹

تلفن مؤسسه در کرج: ۰۲۶۱-۲۸۰۶۰۳۱-۸



تلفن مؤسسه در تهران: ۰۲۱-۸۸۷۹۴۶۱-۵



دورنگار: کرج ۰۲۶۱-۲۸۰۸۱۱۴ - تهران ۰۲۱-۸۸۸۷۰۸۰-۸۸۸۷۱۰۳



بخش فروش - تلفن: ۰۲۶۱-۲۸۰۷۰۴۵ دورنگار: ۰۲۶۱-۲۸۰۷۰۴۵



پیام نگار: Standard @ isiri.or.ir



بهاء: ۱۱۲۵ ریال



 **Headquarters :Institute Of Standards And Industrial Research Of IRAN**

P.O.Box: 31585-163 Karaj – IRAN

 **Tel.(Karaj): 0098 (261) 2806031-8**

 **Fax.(Karaj): 0098 (261) 2808114**

Central Office : Southern corner of Vanak square , Tehran

P.O.Box: 14155-6139 Tehran - IRAN

 **Tel.(Tehran): 0098(21)8879461-5**

 **Fax.(Tehran): 0098 (21) 8887080,8887103**

 **Email: Standard @ isiri.or.ir**

 **Price: 1125 ”RLS**

« بسمه تعالی »

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب قانون، تنها مرجع رسمی کشور است که عهده دار وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) میباشد.

تدوین استاندارد در رشته های مختلف توسط کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط با موضوع صورت میگیرد. سعی بر این است که استانداردهای ملی، در جهت مطلوبیت ها و مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فنی و فن آوری حاصل از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع شامل: تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، بازرگانان، مراکز علمی و تخصصی و نهادها و سازمانهای دولتی باشد. پیش نویس استانداردهای ملی جهت نظرخواهی برای مراجع ذینفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال میشود و پس از دریافت نظرات و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که توسط مؤسسات و سازمانهای علاقمند و ذیصلاح و با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می شود نیز پس از طرح و بررسی در کمیته ملی مربوط و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی چاپ و منتشر می گردد. بدین ترتیب استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد مندرج در استاندارد ملی شماره ((۵)) تدوین و در کمیته ملی مربوط که توسط مؤسسه تشکیل میگردد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد میباشد که در تدوین استانداردهای ملی ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندیهای خاص کشور، از آخرین پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی استفاده می نماید.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون به منظور حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردها را با تصویب شورای عالی استاندارد اجباری نماید. مؤسسه می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آنرا اجباری نماید.

همچنین بمنظور اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و گواهی کنندگان سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاهها و کالیبره کنندگان وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد اینگونه سازمانها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران مورد ارزیابی قرار داده و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا نموده و بر عملکرد آنها نظارت می نماید. ترویج سیستم بین المللی یکاها، کالیبراسیون وسایل سنجش تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی از دیگر وظایف این مؤسسه می باشد.

کمیسیون استاندارد " چربی شیر - آماده سازی متیل استر اسیدهای چرب - (روش آزمون)"

رئیس

کامکار، ابوالفضل

دانشگاه تهران - دانشکده دامپزشکی

(دکترای دامپزشکی و متخصص بهداشت مواد غذایی)

اعضاء

پورایمان پرست، کاوه

شرکت صنایع شیر ایران (پگاه)

(فوق لیسانس صنایع غذایی)

امجدی گلپایگانی، مهرنوش

دبیرخانه فدراسیون بین المللی شیر ایران

(لیسانس صنایع غذایی)

تاج کریمی، مهرداد

شرکت صنایع شیر ایران (پگاه)

(دکترای دامپزشکی و متخصص بهداشت مواد غذایی)

غفاری، فرحناز

وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی

(فوق لیسانس علوم بهداشتی در تغذیه)

اداره کل آزمایشگاه های کنترل غذا و دارو

قلی پور، نوشین

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

(فوق لیسانس صنایع غذایی)

یوسف زاده، هنگامه

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

(لیسانس صنایع غذایی)

دبیر

برازندگان، خسرو

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

(فوق لیسانس صنایع غذایی)

پیش گفتار

استاندارد " **پربی شیر - آماده سازی متیل استر اسیدهای چرب- روش آزمون**" که توسط کمیسیون های مربوطه تهیه و تدوین شده و در پانصد و هفتاد و هشتمین جلسه کمیته ملی استاندارد خوراک و فرآورده های کشاورزی مورخ ۸۵/۶/۲۶ مورد تصویب قرار گرفته ، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های ملی و جهانی در زمینه صنایع ، علوم و خدمات ، استاندارد های ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر گونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استاندارد ارائه شود در تجدید نظر بعدی مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین برای مراجعه به استاندارد های ملی ایران باید همواره از آخرین تجدید نظر آنها استفاده کرد.

در تهیه و تدوین این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه ، در حد امکان بین این استاندارد و استاندارد ملی کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود.

منبع و موخدی که برای تهیه این استاندارد به کار رفته به شرح زیر است:

ISO 15884, IDF 182: First edition, 2002-11-15, Milk fat- Preparation of fatty acid methyl esters

” چربی شیر – آماده سازی متیل استر اسیدهای چرب – روش آزمون “

۱ هدف

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روش اختصاصی برای آماده سازی متیل استر اسیدهای چرب، چربی شیر و چربی حاصل از فرآورده های لبنی می باشد.

۲ دامنه کاربرد

این استاندارد برای چربی شیر و چربی حاصل از فرآورده های لبنی کاربرد دارد.

یادآوری – این روش برای چربی شیری که قسمتی از آن لیپولیز شده^۱ (اسیدیتة آن بیش از یک میلی مول اسیدچرب آزاد در ۱۰۰ گرم چربی می باشد) مناسب نیست و در این صورت باید از روش تعیین شده در پیوست الف استفاده شود.

۳ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آنها ارجاع داده شده است . بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می شود . در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و/ یا تجدید نظر، اصلاحیه ها و تجدید نظرهای بعدی این مدارک مورد نظر نیست. با این وجود بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه ها و تجدید نظرهای مدارک الزامی زیر را مورد بررسی قرار دهند. در مورد مراجع بدون تاریخ چاپ و/ یا تجدید نظر، آخرین چاپ و یا تجدید نظر آن مدارک الزامی ارجاع داده شده مورد نظر است .

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

۱-۳ استاندارد ملی ایران ۴۰۹۱ : سال ۱۳۷۶ ” متیل استرهای اسیدهای چرب – تجزیه “

1- Partially lipolysed milk fat

- ۲-۳ استاندارد ملی ایران ۴۰۹۰ : سال ۱۳۷۶ ” متیل استرهای اسیدهای چرب- روش تهیه“
- ۳-۳ استاندارد ملی ایران ۳۶۶ : سال ۱۳۷۵ ” اندازه گیری چربی شیر - روش مرجع“
- ۴-۳ استاندارد ملی ایران ۳۲۶ : سال ۱۳۸۲ ” شیر و فرآورده‌های آن - روش‌های نمونه برداری“
- ۵-۳ استاندارد ملی ایران ۱۷۲۸ : سال ۱۳۸۱ ” آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی ها و روش های آزمون“

3-6 ISO 14156/IDF 172, Milk and milk products – Extraction for lipids and liposoluble compounds.

۴ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و / یا واژه ها با تعاریف زیر به کار می رود:

۱-۴ متیل استر اسیدهای چرب چربی شیر

متیل استر اسیدهای چرب چربی شیر مطابق روش تعیین شده در این استاندارد تهیه شود.

۲-۴ آسیل گلیسرول ها^۱

آسیل گلیسرولها (آسیل گلیسیریدها) شامل منو دی و تری استرگلیسرول با اسیدهای چرب می باشند. این ترکیبات ، لیپیدهای خنثی نیز نامیده می شوند.

۳-۴ اسفینگولپیدها^۲

1-Acyl - glycerol
2- Sphingolipid

این ترکیبات، دسته دیگری از لیپیدهای صابونی شونده می باشند که در ساختمان آنها یک مولکول اسید چرب توسط اتصال آمیدی به یک آمینو الکل متصل شده است. این آمینو الکل دارای یک زنجیره هیدروکربنی غیراشباع بلند است که اسفنیگوزین^۱، نام دارد.

۴-۴ متیل استر اسیدهای چرب

متیل استر اسیدهای چرب از جابجایی گلیسرول چربی ها بوسیله کاتالیست فلیایی حاصل می شوند.

۴-۵ آزمایش^۲

عبارت است از نمونه ای که طبق ضوابط نمونه برداری از نمونه آزمایشگاهی برای انجام آزمون برداشته شود.

۴-۶ آزمون^۳

عبارت است از مقداری از آزمایش که برای انجام یک آزمون به طور وزنی یا حجمی برداشته و آماده شود.

۵ اساس روش

متیل استر اسیدهای چرب چربی شیر با استفاده از متیله شدن گلیسریدها در یک محلول غیر الکلی تهیه می گردد و سپس با افزودن سدیم هیدروژن سولفات بلوری خنثی شده تا از صابونی شدن استرهای تشکیل شده جلوگیری گردد.

۶ مواد لازم

فقط از واکنشگرهای با درجه خلوص تجزیه ای^۴ شناخته شده استفاده کنید.

3- Sphingozine

4- Test sample

5- Test portion

1- Recognized analytical grade

۱-۶ آب

ویژگی‌های آب مورد استفاده آن مطابق استاندارد ملی ایران ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱ باشد.

۲-۶ ملال

پنتان نرمال^۱، هگزان نرمال^۲ و یا هپتان نرمال^۳

۳-۶ متانول

متانول مورد استفاده نباید حاوی بیش از ۰/۵ درصد کسر جرمی آب باشد.

۴-۶ سدیم هیدروژن سولفات^۴ با یک مولکول آب

۵-۶ واکنشگر ترانس استریفیکاسیون

محلول متانولی پتاسیم هیدروکسید یا سدیم متوکسید^۵ با غلظت تقریبی ۲ مولار

۱-۵-۶ مقدار ۱۱/۲ گرم پتاسیم هیدروکسید را در ۱۰۰ میلی لیتر متانول حل کنید و خوب به هم بزنید، یا ۱۰/۸ گرم سدیم متوکسید را در ۱۰۰ میلی لیتر متانول حل و کاملاً مخلوط نمایید.

یادآوری ۱- با حل کردن ۴/۶ گرم از سدیم فلزی در متانول، نیز می توان محلول متانولی سدیم متوکسید را تهیه کرد.

یادآوری ۲- باید در حین جابجائی سدیم متالیک مراقبت ویژه بعمل آید.

۷ وسایل لازم

علاوه بر لوازم معمول در آزمایشگاه دستگاه‌ها و وسایل لازم زیر مورد نیاز است:

-
- 2-n-Pentane
 - 3-n-Hexane
 - 4-n-Heptane
 - 5-NaHSO₄.H₂O
 - 6-NaOCH₃

- ۱-۷ ترازوی آزمایشگاهی با دقت یک هزارم گرم
- ۲-۷ لوله آزمایش با قطر ۱۶ میلی متر و طول ۱۰۰ میلی متر دارای درپوش پیچی آستردار^۱
- ۳-۷ پیپت‌های مدرج با ظرفیت‌های ۱ و ۱۰ میلی لیتر
- ۴-۷ مخلوط کن^۲ گردآبی
- ۵-۷ سانتریفوژ با توانائی کارکرد در 350 ± 50 g
- یا سانتریفوژ باید به نشانگر نشاندهنده تعداد دور در دقیقه (r.p.m) با حداکثر تغییرات ± 50 دور در دقیقه مجهز باشد.

۸ نمونه برداری

نمونه برداری باید مطابق استاندارد ملی ایران ۳۲۶: سال ۱۳۸۲ " شیر و فرآورده های آن - روش های نمونه برداری " انجام گیرد.

یادآوری - آزمایشگاه باید نمونه ای دریافت نماید که نماینده واقعی از فرآورده باشد و در زمان حمل و نگهداری هیچ گونه آسیب یا تغییری در نمونه حاصل نشده باشد.

۹ تهیه آزمایش

آزمایه باید مطابق استاندارد ملی ایران... : سال ... عمل تهیه شود.

یادآوری - زمان نگهداری چربی استخراج شده در فریز نباید بیش از یک ماه باشد.

(مطابق استاندارد ایزو ۱۴۱۵۶ یا IDF : ۱۷۲)

۱۰ روش کار

مقدار ۱۰۰ میلی گرم از آزمایش را با تقریب ۵ میلی گرم در یک لوله آزمایش مطابق (بند ۲-۷) توزین نمائید. آزمونه را در ۵ میلی لیتر از حلال مطابق (بند ۶-۲) حل کرده و سپس مخلوط نمائید. مقدار ۰/۲ میلی لیتر از واکنشگر ترانس استریفیکاسیون مطابق (بند ۶-۵) را

1- PTFE-lined

2- Vortex mixer

3- Revdution Per Minute

به لوله در دار اضافه نمائید، و در آن را ببندید. محتویات لوله را به شدت با مخلوط کن گردآبی مطابق (بند ۷-۴) به مدت ۱ دقیقه مخلوط کنید. بعد از ۵ دقیقه مقدار ۰/۵ گرم از پودر سدیم ئیدروژن سولفات مطابق (بند ۶-۴) به لوله اضافه نمائید و دوباره مخلوط کنید. لوله‌های آزمایش دارای آزمون را در سانتیفریوژ مطابق (بند ۷-۵) قرار دهید و به مدت ۳ دقیقه در درجه حرارت اتاق سانتیفریوژ نمائید.

بعد از عمل سانتیفریوژ کردن مقداری از مایع شفاف بالایی بدست آمده از آزمون را برای تجزیه توسط دستگاه گاز کروماتوگرافی برداشت کنید. و مطابق استاندارد ملی ایران ... : سال عمل نمائید.

یادآوری ۱ - در صورت ضرورت محلول استری تهیه شده را در یک ظرف در دار ریخته و در دمای یخچال یا ترجیحا در یک فریزر برای چند روز نگهداری نمائید. احتیاطات لازم باید برای جلوگیری از تبخیر متیل استر اسیدهای چرب چربی شیر بعمل آید.

یادآوری ۲ - چربی‌های N-Acyl (بعنوان مثال: اسفنگولپید) بوسیله متیله کردن به طور کامل ترانس استریفیه نمی‌گردند. این مواد در ابتدا در چربی‌های حاصل از فرآورده‌های بدست آمده از آب پنیر موجود می‌باشند.

۱۱ گزارش

گزارش آزمون باید دارای آگاهی‌های زیر باشد:

۱-۱۱ تمام اطلاعات لازم برای شناسائی کامل نمونه

۲-۱۱ روش شناخته شده نمونه برداری بکار رفته

۳-۱۱ روش آزمون طبق استاندارد ملی ایران ۸۸۱۸: سال ۱۳۸۵

۴-۱۱ ذکر تمامی جزئیات عملی که در این استاندارد مشخص نشده یا به عنوان اختیاری عنوان شده، توام با جزئیات هر موردی که ممکن است بر نتایج آزمون تاثیرگذار باشد.

۵-۱۱ تاریخ انجام آزمون

۶-۱۱ نام و نام خانوادگی و امضای آزمایش کننده

پیوست الف

(الزامی)

روش دیگر، استفاده از ترانس استریفیکاسیون گلیسریدها می باشد.

الف-۱- مقدمه

برای تهیه متیل استر اسیدهای چرب چربی شیری که قسمتی هیدرولیز شده به همراه اسیدهای چرب دارای پیوند گلیسیریدی و اسیدهای چرب آزاد از استری کردن کاتالیست کننده اسیدی، که در این زمینه مشخص شده‌اند، استفاده کنید.

الف-۲- شناساگرها

فقط از شناساگرهایی استفاده بعمل آید که دارای درجه خلوص تجزیه ای باشند، و از آب مقطر یا آب عاری از یون یا آبی با درجه خلوص معادل استفاده کنید.

الف-۲-۱ اسید سولفوریک با وزن مخصوص ۱/۸۴ گرم در میلی لیتر در ۲۰ درجه سلسیوس

الف-۲-۲ متانول، که جزء جرمی آن بیشتر از ۰/۵ درصد آب نباشد.

الف-۲-۳ واکنشگر استریفیکاسیون

۱ میلی لیتر اسید سولفوریک مطابق (بند الف-۲-۱) را به ۱۵ میلی لیتر متانول مطابق (بند الف-۲-۲) اضافه کنید و در حین افزودن محلول حاصله را خنک نمائید.

یادآوری - از مخلوط ۴۵ میلی لیتر متانول، ۱۵ میلی لیتر بنزن و ۰/۵ میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ نیز برای یک گرم چربی شیری می توان استفاده نمود^۱.

۱- عمل تهیه شدن \rightarrow (رفت و برگشت) می باشد و جهت افزایش راندمان متیله شدن، از بنزن استفاده شده است.

الف-۳ وسایل لازم

علاوه بر وسایل معمول آزمایشگاهی وسایل زیر مورد نیاز است:

الف-۳-۱ ترازوی آزمایشگاهی با دقت یکهزارم گرم

الف-۳-۲ پی‌پت‌های مدرج، با ظرفیتهای ۱ و ۵ میلی لیتر

الف-۳-۳ آمپول شیشه‌ای، با ظرفیت ۵ میلی لیتر

به جای آمپول شیشه‌ای می‌توان از ویال‌های مناسب با ابعاد مشابه استفاده نمود و به طوری که ویال‌های مذکور کاملاً غیر قابل تراوش بوده و از تبخیر استرهای فرار ممانعت بعمل آورد.

الف-۳-۴ گرمخانه یا حمام آب جوش با توانایی کار در محدوده دمایی ۱۰۰ و ۱۱۰ درجه سلسیوس باشد.

الف-۴ تهیه آزمون

آزمایه را مطابق بند ۹ تهیه نمایید.

مقدار ۲ گرم از نمونه را با تقریب ۱۰ میلی گرم در یک آمپول شیشه‌ای وزن نمائید مطابق (بند الف-۳-۳)، ۰/۴ میلی لیتر از شناساگر استری کردن مطابق (بند الف-۳-۲) را اضافه کنید.

در آمپول شیشه‌ای را محکم ببندید. آمپول شیشه‌ای را حرارت داده و محتویات آن را به مدت ۳ ساعت در آن مطابق (بند الف-۳-۴) در دمای ۱۰۰ تا ۱۱۰ درجه سلسیوس قرار داده و به طور مکرر بهم بزنید.

آمپول شیشه‌ای را خنک کرده و دمای آن را به دمای اتاق برسانید. اجازه دهید تا جداسازی فاز کامل شود. در آمپول شیشه‌ای را باز نموده و فاز بالایی را برای تجزیه بعدی برداشت نمائید، در صورت نیاز استرهای تشکیل شده را با حلال مناسب رقیق نمائید.

ICS: 67.100.10

صفحة : ٩
